

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-222530

(43) 公開日 平成11年(1999) 8月17日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

C 0 8 J 7/00

識別記号

3 0 6

F I

C 0 8 J 7/00

3 0 6

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平10-25571

(22) 出願日 平成10年(1998) 2月6日

(71) 出願人 000003964

日東電工株式会社

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号

(72) 発明者 村上 知之

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内

(72) 発明者 上森 一好

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内

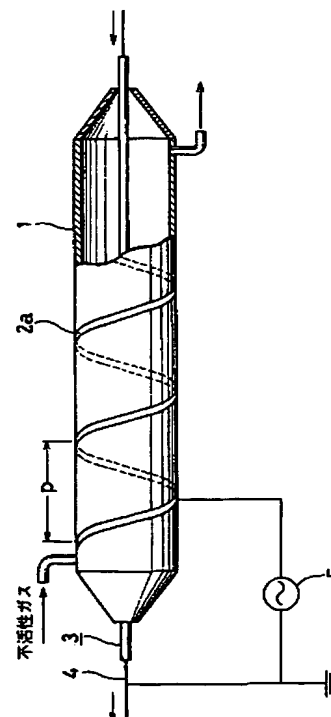
(74) 代理人 弁理士 牧野 逸郎

(54) 【発明の名称】 フッ素樹脂被覆金属線の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 フッ素樹脂被覆を効率よく確実に且つ均一に大気圧プラズマ処理して、接着性にすぐれたフッ素樹脂被覆を有する金属線の製造方法を提供することにある。

【解決手段】 本発明による接着性にすぐれたフッ素樹脂被覆金属線の製造方法は、管状誘電体1の外表面に第1の電極2aを螺旋状に巻き付けて敷設し、この管状誘電体の内部に大気圧の不活性ガスを導入すると共に、雰囲気酸素濃度を500ppm以下とし、上記管状誘電体の内部にフッ素樹脂被覆金属線3を導き、このフッ素樹脂被覆金属線における心線4を第2の電極2bとし、大気圧下でグロー放電プラズマを発生させて、上記フッ素樹脂被覆金属線の外表面をプラズマ処理して、その接着性を高めることを特徴とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】管状誘電体の外表面に第1の電極を螺旋状に巻き付けて敷設し、この管状誘電体の内部に大気圧の不活性ガスを導入すると共に、雰囲気酸素濃度を500ppm以下とし、上記管状誘電体の内部にフッ素樹脂被覆金属線を導き、このフッ素樹脂被覆金属線における心線を第2の電極とし、大気圧下でグロー放電プラズマを発生させて、上記フッ素樹脂被覆金属線の外表面をプラズマ処理することを特徴とする接着性にすぐれたフッ素樹脂被覆金属線の製造方法。

【請求項2】フッ素樹脂がポリテトラフルオロエチレン、テトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン共重合体又はテトラフルオロエチレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体である請求項1に記載の方法。

【請求項3】不活性ガスが窒素ガスである請求項1に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、接着性にすぐれたフッ素樹脂被覆を有する金属線の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】フッ素樹脂は、そのすぐれた耐熱性、耐薬品性、電気絶縁性等から種々の分野において用いられており、フッ素樹脂を被覆した金属線（以下、金属棒を含めることとする。）も、被覆フッ素樹脂のそのような特性から種々の分野において用いられている。しかし、他方において、フッ素樹脂は、非接着性であるので、上記フッ素樹脂被覆金属線の外表面に他の材料を積層する場合には、通常、外表面のフッ素樹脂層は、予め、表面処理がなされている。このような表面処理には種々の方法が知られているが、いずれも問題がある。

【0003】例えば、特開平5-106053号公報には、管状体の内部に低圧グロー放電を発生させて、管状体の内面を処理する方法が記載されており、同様に、特開平5-202481号公報には、管状体の内部に大気圧下でグロー放電を発生させて、管状体の内面を処理する方法が記載されているが、いずれも、管状体の外表面を処理することはできない。

【0004】そこで、特開平6-226810号公報には、フッ素樹脂管状体の外表面を大気圧下でプラズマ処理して、その接着性を高める方法が記載されているが、この方法においては、プラズマ処理装置における電極が板状であるとみられ、従って、電極と管状体との間の距離が一定でなく、管状体の外表面を均一に処理することが困難である。

【0005】特に、従来、フッ素樹脂を被覆した金属線について、その外表面のフッ素樹脂層を効率よく確実に且つ均一にプラズマ処理して、その接着性を高めたフッ素樹脂被覆を有する金属線の製造方法は知られていない。

い。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上述した事情に鑑みてなされたものであって、特に、フッ素樹脂被覆金属線の外表面のフッ素樹脂層を効率よく確実に且つ均一に大気圧プラズマ処理して、接着性にすぐれたフッ素樹脂被覆を有する金属線の製造方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明による接着性にすぐれたフッ素樹脂被覆金属線の製造方法は、管状誘電体の外表面に第1の電極を螺旋状に巻き付けて敷設し、この管状誘電体の内部に大気圧の不活性ガスを導入すると共に、雰囲気酸素濃度を500ppm以下とし、上記管状誘電体の内部にフッ素樹脂被覆金属線を導き、このフッ素樹脂被覆金属線における心線を第2の電極とし、大気圧下でグロー放電プラズマを発生させて、上記フッ素樹脂被覆金属線の外表面をプラズマ処理して、その接着性を高めることを特徴とする。

【0008】

【発明の実施の形態】本発明による方法において、上記管状誘電体としては、例えば、プラスチックやガラス等からなる管体が用いられ、図1に示すように、このような管状誘電体1の外表面に第1の電極2aが螺旋状に巻き付けて敷設される。この第1の電極としては、銅、アルミニウム、ステンレス鋼等からなる箔又は金属線が用いられる。第2の電極2bは、後述するように、このような管状誘電体の内部で大気圧プラズマ処理されるフッ素樹脂被覆金属線3の心線4自体である。

【0009】上記第1及び第2の電極のうち、一方の電極は高圧電極であり、他方の電極はアース電極である。いずれが高圧電極であっても、いずれがアース電極であってもよい。上記高圧電極は、通常、商用周波数である50Hzから10kHzの範囲の交流電源5に接続される。

【0010】電源の周波数が50Hzを下回るときは、放電を維持することが困難であり、10kHzを越えるときは、発熱が著しくなると共に、局部放電へ移行しやすくなり、放電にむらが生じて、目的とする被覆フッ素樹脂層の均一な処理が困難となる。他方、高周波電圧は、1kVから15kVの範囲が好ましい。高周波電圧が1kVよりも低いときは、プラズマ放電が得られず、他方、15kVよりも高いときは、アーク放電に移行しやすく、放電の制御ができない。

【0011】本発明においては、上記第1の電極2aのピッチpは、特に、限定されるものではないが、図2に示すように、フッ素樹脂被覆金属線3が管状誘電体1内を走行する間に被覆フッ素樹脂層6に微弱放電部7が形成され、この微弱放電部以外の放電部8によって表面の活性度の向上とクリーニング効果を得、微弱放電部にお

いて化学反応を高める効果を得るために、通常、5～20mmの範囲が好ましい。

【0012】また、本発明において、電極間距離L、即ち、管状誘電体1の外表面上の第1の電極2aとフッ素樹脂被覆金属線3の心線4からなる第2の電極2bとの間の距離は、フッ素樹脂被覆へのプラズマ処理の強さを考慮して、通常、1～10mm程度の範囲である。従って、本発明によれば、フッ素樹脂被覆金属線における心線の径に応じて、管状誘電体の管径を適当に選択することによって、第1の電極とフッ素樹脂被覆金属線の心線との間の放電によって、金属線の被覆フッ素樹脂層を効率よく大気圧プラズマ処理することができる。

【0013】本発明による方法においては、管状誘電体の内部は、大気圧の不活性ガス雰囲気におかれ、酸素濃度を500ppm以下、好ましくは、300ppm以下、特に好ましくは、100ppm以下として、大気圧プラズマを発生させて、金属線を被覆するフッ素樹脂層をプラズマ処理して、その接着性を高める。酸素濃度が500ppmよりも大きいときは、プラズマ処理を行なっても、被覆フッ素樹脂に接着性を与えることができない。

【0014】本発明においては、上記不活性ガスとしては、窒素、二酸化炭素、ヘリウム、アルゴン等のガスが用いられるが、処理効果や経済性を考慮すれば、窒素ガスが最も有利である。また、上記不活性ガスには炭化水素ガス、アルコールガス、重合性単量体ガスを加えてもよい。炭化水素ガスとしては、例えば、トルエンを挙げることができるが、また、アルコールガスとしては、例えば、メタノールガスを挙げることができるが、しかし、これらに限定されるものではない。このように、不活性ガスには炭化水素ガスやアルコールガスを加えると、フッ素樹脂管状体又は棒状体の処理表面のフッ素成分が減少し、炭化水素やアルコールに由来する有機基が増える結果、表面の接着性が一層高められる。

【0015】本発明によれば、金属体の被覆フッ素樹脂は、特に、限定されるものではないが、具体例としては、例えば、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）、テトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン共重合体（FEP）、テトラフルオロエチレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体（PFA）、テトラフルオロエチレン-エチレン共重合体（ETFE）、ポリクロロトリフルオロエチレン（PCTFE）、クロロトリフルオロエチレン-エチレン共重合体（ECTFE）、ポリフッ化ビニリデン（PVDF）、ポリフッ化ビニル（PVF）、テトラフルオロエチレン-フッ化ビニリデン共重合体等を挙げることができる。通常、押出被覆することができる溶融フッ素樹脂が好ましい。

【0016】本発明によれば、フッ素樹脂被覆金属線をバッチ式にて処理することができるのみならず、管状誘

電体内を走行させることによって、連続的に処理することもできる。

【0017】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれら実施例により何ら限定されるものではない。

【0018】長さ300mm、外径20mm、肉厚1mmのガラス管の管軸方向の中央部の外表面に、幅5mm、厚さ0.05mm、長さ400mmのアルミニウム箔をピッチ7mmで螺旋状に巻き付けて、高压電極とした。別に、外径10mmの銅線に15mm幅のPFAテープを1～2mmラップするように螺旋状に巻き付けて、PFA被覆銅線とし、この銅線に接続した導線を接地し、かくして、PFA被覆銅線の心線をアース電極とした。

【0019】上記ガラス管の一端に設けた窒素ガス導入口から窒素ガスを1L/分の割合でガラス管内に導入したところ、10分後のガラス管内の酸素濃度は50ppmとなった。

【0020】そこで、上記PFA被覆銅線をガラス管内を1m/分の速度で走行させつつ、上記高压電極に周波数5kHz、電圧6kVの高周波交流電源を印加して、上記PFA被覆銅線の外表面、即ち、PFA樹脂層を大気圧プラズマ処理した。このようにして処理したPFA被覆銅線から、これに巻き付けたPFAテープを巻き戻して、テープ状試料を得、その処理面の接着力を測定した。

【0021】即ち、ステンレス鋼板の表面にエポキシ樹脂接着剤（コニシ株式会社製ボンドEセット）を塗布し、これに上記テープ状試料の処理面を貼り合わせ、80℃で2時間、加熱硬化させた。接着剤がはみ出ているテープ状試料の両側1mmを除去し、試料幅8mmにて万能引張試験機で180°ピール剥離力（引張速度200mm/分）を測定した。結果を表1に示す。

【0022】実施例2

実施例1において、窒素ガスと共に、炭化水素ガスとしてトルエンガスを0.5L/分の割合で加えた以外は、実施例1と同様にして、銅線を被覆するPFA樹脂層を大気圧プラズマ処理した。このようにして得たフッ素樹脂テープについて、その処理面の接着力を実施例1と同様にして測定した。結果を表1に示す。

【0023】実施例3

銅線にPTFEテープを巻き付けた以外は、実施例1と同様にして、このPTFE樹脂層を大気圧プラズマ処理した。このようにして得たフッ素樹脂テープについて、その処理面の接着力を実施例1と同様にして測定した。結果を表1に示す。

【0024】実施例4

銅棒にFEPテープを巻き付けた以外は、実施例1と同様にして、このFEP樹脂層を大気圧プラズマ処理し

た。このようにして得たフッ素樹脂テープについて、その処理面の接着力を実施例1と同様にして測定した。結果を表1に示す。

#### 【0025】比較例1～3

ガラス管内に不活性ガスに代えて空気を導入し、銅線にPFA又はPTFE又はFEPテープを巻き付けた以外

は、実施例1と同様にして、それぞれのフッ素樹脂層を大気圧プラズマ処理した。このようにして得たそれぞれのフッ素樹脂テープについて、その処理面の接着力を実施例1と同様にして測定した。結果を表1に示す。

#### 【0026】

#### 【表1】

	銅線の被覆樹脂	放電雰囲気	添加ガス	180°ピール剥離力 (kg/cm)
実施例1	PFA	窒素	なし	1.8
2	PFA	窒素	トルエン	2.0
3	PTFE	窒素	なし	0.8
4	FEP	窒素	なし	2.0
比較例1	PFA	空気	なし	0.2
2	PTFE	空気	なし	0.1
3	FEP	空気	なし	0.2

#### 【0027】実施例4

外径1.4mmの銅線の外表面に肉厚0.4mmのPFAを被覆した銅線を実施例2と同様にして、大気圧プラズマ処理した。このように処理したフッ素樹脂被覆銅線を20cm長さに切り揃えて、10本を結束して、これにコイルワニスを含浸させた。これを冷熱衝撃試験に供したが、フッ素樹脂被覆銅線には変化が認められなかった。

#### 【0028】比較例4

実施例4において、大気圧プラズマ処理雰囲気を空気とした以外は、同様にして、PFAを被覆した銅線をプラズマ処理した。このように処理した被覆銅線を20cm長さに切り揃えて、10本を結束して、これにコイルワニスを含浸させた。これを冷熱衝撃試験に供したところ、フッ素樹脂被覆銅線からのワニスの剥離が生じるのが認められた。

#### 【0029】

【発明の効果】以上のように、本発明の方法は、管状誘電体の外表面に第1の電極を螺旋状に巻き付けて敷設し、この管状誘電体の内部に大気圧の不活性ガスを導入すると共に、雰囲気中の酸素濃度を500ppm以下とし、上記管状誘電体の内部にフッ素樹脂被覆金属線を導き、このフッ素樹脂被覆金属線における心線を第2の電

極とし、大気圧下でグロー放電プラズマを発生させて、上記フッ素樹脂被覆金属線の外表面をプラズマ処理し、その接着性を高めて、接着性にすぐれたフッ素樹脂被覆を有する金属線を得るものである。

【0030】従って、本発明の方法によれば、金属線のフッ素樹脂被覆を効率よく確実に且つ均一に接着性を高めて、接着性にすぐれたフッ素樹脂被覆金属線を得ることができる。更に、本発明によれば、管状誘電体を用いるので、大気圧下においても、放電はコロナ放電のような火花を伴わず、グロー状であるので、フッ素樹脂被覆を効率よく処理することができ、生産性高く、接着性にすぐれたフッ素樹脂被覆金属線を得ることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

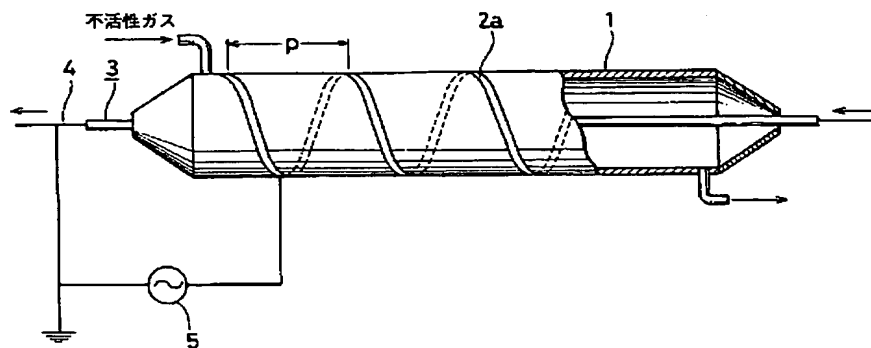
【図1】は、本発明の製造方法を示す一部切欠き要部斜視図である。

【図2】は、本発明の製造方法において、フッ素樹脂被覆金属線のプラズマ処理を示す模式図である。

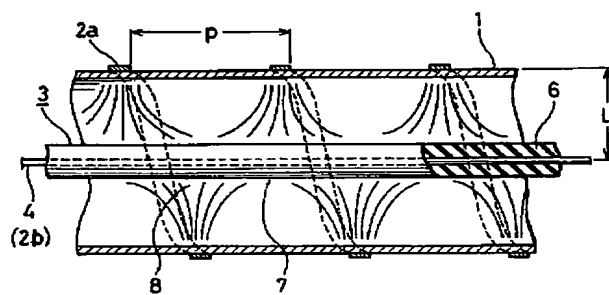
#### 【符号の説明】

1…管状誘電体、2a…第1の電極、2b…第2の電極、3…フッ素樹脂被覆金属線、4…フッ素樹脂被覆金属線の心線、5…電源、6…フッ素樹脂被覆金属線の被覆フッ素樹脂層。

【図1】



【図2】



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**